This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.



WEST

Generate Collection Print

L23: Entry 32 of 65

File: JPAB

Aug 30, 1991

PUB-NO: JP403199218A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 03199218 A

TITLE: CURABLE COMPOSITION AND PLASTIC LENS COMPRISING CURED PRODUCT OF SAME

COMPOSITION

PUBN-DATE: August 30, 1991

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

MINORIKAWA, NAOKI MARUYAMA, SATOSHI UCHIDA, HIROSHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

SHOWA DENKO KK

APPL-NO: JP01340339

APPL-DATE: December 27, 1989

US-CL-CURRENT: <u>526/314</u> INT-CL (IPC): C08F 299/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain the title readily moldable composition suitable as plastic lens, having high refractive index, excellent heat resistance, impact resistance, etc., by blending a specific <u>diallyl phthalate-based oligomer with vinyl-based monomer and radical polymerization initiator</u>.

CONSTITUTION: (A) ≥10wt.% <u>diallyl phthalate-based oligomer</u> shown by the formula (R is 2-20C hydrocarbon; Ar is phenylene; n is 1-100) and having 20-100 degree of unsaturation is blended with (B) a <u>vinyl</u>-based monomer such as methyl <u>acrylate</u> copolymerizable with the component A and (C) preferably 0.001-20mol% radical <u>polymerization</u> initiator such as 2,2'-azobisisobutylonitrile to give the objective composition.

COPYRIGHT: (C)1991, JPO& Japio

⑲ 日本国特許庁(JP)

① 特許出願公開

⑫ 公 開 特 許 公 報 (A) 平3-199218

fint. Cl. 5

識別記号

庁内整理番号

❸公開 平成3年(1991)8月30日

C 08 F 299/00

MRM

6917 - 4 J

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全8頁)

60発明の名称

硬化性組成物およびその硬化物からなるプラスチックレンズ

頤 平1−340339 ②持

22出 願 平1(1989)12月27日

個発 明 者 御法川 直 樹

神奈川県川崎市川崎区千鳥町3-2 昭和電工株式会社川

崎樹脂研究所内

@発 明 者 丸 Ш

神奈川県川崎市川崎区千鳥町3-2 昭和電工株式会社川

崎樹脂研究所内

72)発 明 老 内

個代 理 人

博

敏

大分県大分市大字中の洲 2 昭和電工株式会社大分研究所

昭和電工株式会社 の出願人

弁理士 菊地 精一

東京都港区芝大門1丁目13番9号

B

1. 発明の名称

硬化性粗成物およびその硬化物からなるブラ スチックレンズ

- 2. 特許請求の範囲
- (1) 下記一般式(1) の構造を持ち、

CH. = CHCH. O (COArCOORO) . COArCOOCH. CH = CH.

--- (I)

(式中、Rは炭素数が2~20からなる2個の炭 化水溶残盐、Arは1、2-、1、3-または 1. 4-フェニレン基、nは1~100の数を表 わす。但し、Arが1、4-フェニレン島のみで ある場合を除く。)

かつ、ウイス(Wijs)法で測定したヨウ素値 で表わした不飽和度が20~100であるジア リルフタレート系オリゴマーが少なくとも10重 豆%、該オリゴマーと共重合可能なビニル系モノ マーおよびラジカル重合開始剤からなることを特 世とする硬化性組成物。

(2)請求項(1)における一般式(1)の構造

を持つジアリルフタレート系オリゴマーにおい て、Rで表わされる炭素数2~20からなる2価 の炭化水紫幾基の一部または全部が炭素数3以上 で、かつ水酸基3個以上のポリオール残基で置換 されているオリゴマーである請求項(L)記載の 硬化性粗成物。

- (3) 請求項(1) または請求項(2) 記載の硬 化性組成物の硬化物からなることを特徴とするブ ラスチックレンズ。
- 3. 発明の詳細な説明

【産業上の利用分野】

本発明は、比較的屁折率が高く、耐熱性、耐衡 撃性に優れた硬化物を与える、成形が容易な硬化 性組成物および該硬化性組成物の硬化物からなる プラスチックレンズに関する。

【従来の技術】

光学材料用樹脂、例えば視力矯正レンズ用の樹 脂としては、1942年にPPG社(米)が開発 したポリジェチレングリコールピスアリルカーボ ネート (CR-39) が表面研摩性、易成形性、

染色性、その他請物性のバランス性の観点から主 液樹脂として用いられてきている。

しかし、CR-39は屈折率が1. 498と低く、強い矯正を必要とするときはレンズの厚みを薄く出来ない欠点を有している。

この欠点を解決すべく種々の高配折レンズ用樹脂が提案され、一部実用化してきている。特に、特開昭 5 7 - 5 4 9 0 1 号公報の公開以後高配折単樹脂の特許出願が急増し、化学関連業材メーカーを中心に活発な研究開発が行なわれていることを示している。

例えば、特開昭 6 1 - 7 3 1 0 1 号公報のテトラブロモフェニルメタクリレート / ジビニルベンゼン系の例、特開昭 6 2 - 7 3 2 0 1 号公報のハロゲン化ビスフェノール S ジメタクリレート系の例、特開昭 5 7 - 5 4 9 0 1 号公報のテトラブロモスフェノール A ジアリレート / スチレン系の例、特開昭 6 0 - 1 0 3 3 0 2 号公報のテトラブロモビスフェノール A ジアリルカーボネート系の例等が提案されているが、これらの系の份監

性、耐熱性、低比重等の諸物性に優れ、製造上の トラブルが少なく、極めて容易に硬化物を成形す ることが出来る硬化性組成物および該硬化性組成 物の硬化物からなるプラスチックレンズを提供す ることを目的とする。

[課題を解決するための手段]

本党明によって、上記目的を達成し得る新規な 硬化性組成物および該硬化性組成物の硬化物から なるブラスチックレンズが提供される。すなわ ち、本発明は一般式 (1) の構造を持ち、

CH.=CHCH.O(COArCOORO).COArCOOCH.CH=CH.

--- (I)

(式中、Rは炭素数が2~20からなる2個の炭化水素残器、Arは1、2~、1、3~または1、4~フェニレン器、nは1~100の数を表わす。但し、Arが1、4~フェニレン基のみである場合を除く。)

かつ、ウイス(W i j s) 法で測定したヨウ素価 で及わした不飽和度が20~100であるジアリ ルフクレート系オリゴマーが少なくとも10重量 においては含有ハロゲンによる耐候性の低下、比 重の増大といった問題点を有し、またビニル基と メタクリロイル基の共存する系においては共重合 性の制御が難しく重合ムラや白化の発生が見られ る場合があり、一般に配合の自由度が低いという 欠点を有する。

また、特開昭61-34007号公報のベンジルフマレート/イソフタル酸ジアリルの例では、 非ハロゲン系による中~高屈折率レンズの提案が 成されているが、耐熱性と耐衝撃性のバランスの 点でCR-39よりも劣っている。

更に、特開昭60-199016号公報、特開 昭60-217229号公報のチオウレタンを用いる系の例では、耐衝撃性は改善されるものの、 耐熱性が低く、反応制御及び脱型が非常に困難で あることならびに硬化物の面積度が低いという欠 点を有している。

[発明が解決しようとする課題]

本発明は、上記従来の光学材料用樹脂の欠点を 克服し、比較的高い屈折率を有し、かつ耐衝撃

%、該オリゴマーと共重合可能なビニル系モノマーおよびラジカル重合開始剤からなることを特徴とする硬化性組成物である。また、本発明は前記一般式 (I) のジアリルフタレート系オリゴマーのRで表わされる炭素数2~20からなる2個の炭化水素残基の一部または全部が炭素数3以上で、かつ水酸基3個以上のポリオール残基により置換されているオリゴマーである硬化性組成物であり、更に該硬化性組成物の硬化物からなるブラスチックレンズである。

この一般式(1)で表わされるオリゴマーはいくつかの合成法が考えられるが、例えばジアリルフタレート類とジオールとをエステル交換触媒の存在下にアリルアルコールを留去しながら反応させる方法、あるいはジメチルフタレート類とジオールおよびアリルアルコールとをエステル交換触媒の存在下にメタノール又はエクノールを留去させながら反応させる方法などがある。

更に一般式(I)で表わされるRの一部または

全部を3価以上のポリオールとする場合には、ジアリルフクレート、ジアリルイソフタレートおよびジアリルテレフタレートの単独又は混合物に対応するポリオールをジオールと混合もしくは単独で加えるか、あるいは一般式(1)のオリゴマーと対応するポリオールをエステル交換触媒の存在下に加熱することにより得ることができる。

もちろんこれ以外の方法によって合成されたも のであっても良い。

この場合、一般式(I)におけるArが1.2 一貫換フェニレン店(フクレート)のときは、価格が最も安価であり、そのうえこの硬化物は機械的特性も優れているところから、通常の硬化性組成物として使用する場合には適しているが、特に高級な光学材料としての使用は得色する傾向があるので適切なものとは含えない。

1.3 - 波換フェニレン装(イソフタレート) の誘導体から得られる硬化物は、色収差が良好 で、高級な光学材料、プラスチックレンズとして 適している。

ジメタノール、1.3-プクンジオール、ネオペ ンチルグリコール、1.3-シクロヘキサンジ オール、p-キシレングリコール、スチレングリ コール等の脂肪族又は芳香環を含んだジオールが 挙げられる。この際、他の重合性単量体との溶解 性を考えると、直角状のα、ωージオールよりも 側角の付いたジオールが好ましく、このようなも のとしては1、2-プロピレングリコール、1、 3-プクンジオール、ネオペンチルグリコール、 2.3-ブタンジオール、1.4-ペンタンジ オール、1、3-ペンタンジオール、1、2-ベ ンタンジオール、2、3-ペンタンジオール、 2. 4ーペンタンジオール、1. 5-ヘキサンジ オール、1.4-ヘキサンジオール、1.3-ヘ キサンジオール、1,2-ヘキサンジオール、 2. 3-ヘキサンジオール、2. 4-ヘキサンジ オール、2、5-ヘキサンジオール、3、4-ヘ キサンジオール等がある。

また炭清散3以上で、かつ水酸店3個以上のポリオールとしては、グリセリン、トリメチロール

1. 4 - 置換フェニレン基(テレフタレート) の誘導体から得られる硬化物は耐熱性に優れてお り、光学特性も優れているので高温で使用される 光学材料として好ましい。

この場合反応させるジオールは、フェニレン基 1 モルに対しの、9 9 モル以下、3 価のポリオー ルでは0、5 モル以下、好ましくは0、3 3 モル 以下、4 価のポリオールでは0、3 3 モル以下、 好ましくは0、2 5 モル以下を使用すれば良い。

一般にジオールを1モルに近づければ機械的特性は向上するが、オリゴマーの粘度が高くなるので目的により適宜選択しなければならない。また、3価以上のポリオールは血げ強度などの機械的特性が向上するが、やはり粘度が高くなること、ゲル化の危険も増えるので注意が必要である。

このような炭素数が2~20からなるジオール としては、エチルグリコール、1、2-プロピレ ングリコール、1、4-プタンジオール、1、 6-ヘキサンジオール、1、4~シクロヘキサン

プロバン等の脂肪族3価アルコール:ベンタエリスリトール、ソルビトール等の脂肪族の4価以上のアルコール等が挙げられる。一般にグリコールの炭素類が長いときは耐衝撃性が向上し、短いときは屈折率が高くなる傾向がある。

このようにして得られたジアリルフタレート系オリゴマーはウイス(Wijs)法で測定したヨウ素価で表わした不飽和度が20より低いと硬化が不可能になるか、硬化のために非常に長時間要することになる。逆に100を越えるときは耐衝撃性が劣ることになるので、クリティカルな数値ではないが一般用としてはこの範囲のものがバランスのとれた範囲であり、広く利用できる。

一般式(1)の構造を持つジアリルフタレート系オリゴマー又はその構造式中のRにて示される 2価の炭化水素残基の一部を3価以上のポリオールから誘導される3価の炭化水素残基で置換したオリゴマーは、多くの有機化合物とよく混合する性質を有し、単独で硬化させたときは極めて高い耐衝撃強度及び耐熱性を有する特長がある。 したがって、このジアリルフタレート系オリゴマーを使用目的に応じた配合比で、このオリゴマーと共重合可能な他のピニル系モノマーに混合することによって組成物を硬化させて得られる硬化物の耐衡な性の向上、耐熱性の向上を図ることができる。

本発明の目的を達成するために用いられるジアリルフタレート系オリゴマーの使用量は10~90重量%の範囲である。ジアリルフタレート系オリゴマーの使用量が10重量%よりも少ない場合には、硬化して得られる硬化物の耐衝撃性及び耐熱性のうちのいずれかにおいて十分な効果が期待できない。

一般式(I)で表わされるジアリルフタレート系オリゴマーと共に使用できる該オリゴマーと共信合可能なピニル系モノマーは、単官能であっても多官能であってもよく、該オリゴマーと相溶性のあるものであれば特に制限はない。また、共取合可能なピニル系モノマーは二種類以上を混合して用いることも出来、混合割合にも制限はなく、

ニル (メタ) アクリレート、トリプロモフェニル (メタ) アクリレート、メトキシフェニル(メ タ) アクリレート、シアノフェニル(メタ)アク リレート、ピフェニル(メタ)アクリレート、ブ ロモベンジル (メク) アクリレード等のアクリル 酸芳香族エステル、フルオロメチル(メタ)アク リレート、クロロメチル(メタ)アクリレート、 プロモエチル (メタ) アクリレート、トリクロロ メチル(メク)アクリレート等のハロアルキル (メタ) アクリレート、2-ヒドロキシエチル (メタ) アクリレート、 (メタ) アクリル酸ポリ エチレングリコールエステル等の他、グリシジル (メク) アクリレート、アルキルアミノ (メタ) アクリレート等の(メタ)アクリル酸エステルが ある。また、α-フルオロアクリル酸エステル. ·αーシアノアクリル酸エステル等のαー忍換アク リル船エステル等がある。

方香族ピニル化合物としては、スチレン、また はαーメチルスチレン、αーエチルスチレン、α ークロルスチレン等のαー置換スチレン、フルオ 任意の比率を選択することができる。

このようなビニル系モノマーとしては、例えば、不飽和脂肪酸エステル、芳香族ビニル化合物、不飽和脂肪酸及びその誘導体、不飽和二塩素酸及びその誘導体。 (メタ) アクリルニトリル等のシアン化ビニル化合物等が挙げられる。

ロスチレン、クロロスチレン、プロモスチレン、 クロロメチルスチレン、メトキシスチレン等の核 置換スチレンあるいはジアリルフタレート等があ *

不飽和脂肪酸及びその誘導体としては、(メ タ)アクリルアミド、N. N - ジメチル(メタ) アクリルアミド、N. N - ジエチル(メタ)アク リルアミド等の(メク)アクリルアミド類、(メ ク)アクリル酸等がある。

不飽和二塩基酸及びその誘導体としては、 Nーメチルマレイミド、Nーエチルマレイミド、 Nープチルマレイミド、Nーシクロヘキシルマレ イミド、Nーフェニルマレイミド、Nーメチル フェニルマレイミド、Nークロロフェニルマレイ ミド、Nーカルボキシフェニルマレイミド等の Nー置機マレイミド、マレイン機、無水マレイン 酸、フマル酸等がある。

上記単官能性のビニル系モノマーの他、一般式 (I) で表わされるジアリルフタレート系オリゴ マーと共振合し得るビニル系モノマーとしては、

果橋性多官能モノマーが挙げられる。例えば、エ チレングリコールジ(メク)アクリレート、ジェ チレングリコールジ (メタ) アクリレート、トリ エチレングリコールジ (メタ) アクリレート、テ トラエチレングリコールジ(メク)アクリレー ト、トリプロピレングリコールジ (メタ) アクリ レート、1、3-プチレングリコールジ(メタ) アクリレート、1、4~ブクンジオールジ(メ ク) アクリレート、1. 5ーペンタンジオールジ ^ (メク) アクリレート、1、6-ヘキサンジオー ルジ(メク)アクリレート、ネオペンチルグリ コールジ (メタ) アクリレート、ヒドロキシピバ リン酷ネオペンチルグリコールエステルジ(メ タ) アクリレート、オリゴエステルジ(メタ)ア クリレート、ポリプタジエンジ (メク) アクリレ ート、2、2-ビス(4-(メタ)アクリロイル オキシフェニル) プロパン、2、2-ビス(4-(ω- (メタ) アクリロイルオキシポリエトキ シ)・フェニル) プロパン、2、2ーピス(4ー (ω- (メク) アクリロイルオキシポリエトキ

シ) ジプロモフェニル) プロパン、2、2-ビス (4-(ω-(メタ)アクリロイルオキシポリブ ロポキシ) フェニル) プロパン、ピス(4-(ω - (メク) アクリロイルオキシポリエトキシ) フェニル)メクン等のジ(メタ)アクリレート や、ジアリルフタレート、ジアリルイソフクレー ト、ジアリルテレフタレート、ジアリルカーボ ネート、 ジエチレングリコールジアリルカーポ ネート、ジビニルベンゼン、N.N^-m-フェ ニレンピスマレイミド等の二官能性の架橋性モノ マー、トリメチロールエタントリ(メタ)アクリ レート、トリメチロールプロパントリ(メタ)ア クリレート、ペンタエリスリトールトリ (メタ) アクリレート、トリ (メタ) アリルイソシアヌ レート、トリアリルトリメリテート、ジアリルク ロレンデート等の三官能性の架構性モノマー、ペ ンタエリスリトールテトラ (メク) アクリレート のごとき四官能性の架構性モノマー等が挙げられ **5**.

本発明の硬化性組成物はラジカル重合によって

硬化させることができる。

硬化に際して用いられるラジカル重合開始剤は、熱、マイクロ波、赤外線または紫外線によってラジカルを生成し得るものであればいずれのラジカル蛋合開始剤の使用も可能であり、硬化性組成物の目的、用途に応じて適宜選択することができる。

無、マイクロ波、赤外線による重合に際して使用できるラジカル重合開始剤としては、例えば
2、2、一アゾビスイソブチロニトリル、2、
-アゾビスイソバレロニトリル、2、2、
-アゾビスー2、4ージメチルバレロニトリル等のアソ系化合物、メチルエチルケトンパーオキシド、シクロハキサノンパーオキシド、アセチルアセトンパーオキシド等のケトンパーオキシド、ローメチルベンゾイルパーオキシド、ローメチルベンゾイルパーオキシド、ロースチルベンゾイルパーオキシド、ロークロロベンゾイルパーオキシド、ロークロロベンゾイルパーオキシド等のジアシルパーオキシド

類、2、4、4ートリメチルペンチルー2ーヒド ロバーオキシド、ジイソプロピルベンゼンパーオ キシド、クメンヒドロバーオキシド、ヒープチル パーオキシド等のヒドロパーオキシド甜、ジクミ ルパーオキシド、 ヒープチルクミルパーオキ シド、ジーt-プチルパーオキジド、トリス (t-ブチルパーオキシ) トリアジン符のジアル キルパーオキシド類、1.1-ジーヒープチル **パーオキシシクロヘキサン、2.2-ジ(t-ブ** チルパーオキシ)ブタン等のパーオキシケター ル類、t-ブチルパーオキシピパレート、t-プチルパーオキシー2-エチルヘキサノエー ト、t-ブチルパーオキシイソブチレート、ジ ーヒープチルパーオキシヘキサヒドロテレフタ レート、ジーt-ブチルパーオキシアゼレート、 tープチルバーオキシー3、5、5ートリメチル ヘキサノエート、ヒープチルパーオキシアセテー ト、ヒープチルパーオキシベンゾエート、ジ - t- ブチルパーオキシトリメチルアジベート等 のアルキルパーエステル類、ジイソプロピルパー

オキシジカーボネート、ジーScc - ブチルバー' オキシジカーボネート、 t - ブチルバーオキシイ ソプロピルカーボネート等のパーカーボネート類 が准けられる。

紫外線による瓜合に際して使用できるラジカル 低合開始剤としては、例えばアセトフェノン、 2. 2-ジメトキシー2-フェニルアセトフェノ ン、2.2-ジエトキシアセトフェノン・4 - ィソプロピルー2-ヒドロキシー2-メチルブ ロビオフェノン、2ーヒドロキシー2ーメチルブ ロピオフェノン、4,4.-ピス(ジエチルアミ ノ) ベンソフェノン、ベンゾフェノン、メチル (o-ベンソイル)ペンゾエート、1-フェニル 1. 2ープロパンジオンー2ー(ローエトキシカ ルポニル)オキシム、1-フェニル-1.2-ブ ロバンジオン-2-(o-ベンゾイル)オキシ ム、ベンゾイン、ベンソインメチルエーテル、ペ ンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロピ ルエーテル、ベンゾインイソブチルエーテル、ベ ンゾインオクチルエーテル、ベンジル、ベンジル

しても良いし、目的によっては予備重合した後に 重合、硬化することによって粘度の調整を図った り重合時の収縮率を軽減することができる。

硬化性組成物の硬化に際しての蛋合温度及び重合時間については、使用するラジカル重合開始剤の種類及びその使用量により異なるため一種には 規定できないが、重合温度については通常 0 ~ 2 0 0 ℃の範囲が好ましく、重合時間については 通常 0 、 5 ~ 5 0 時間の範囲が好ましい。

本発明の硬化性組成物は成形性に優れているばかりでなく、該硬化性組成物を硬化して得られる 硬化物は、比較的屈折率が高く、耐熱性、耐衝撃 性に優れているため、光学材料、コーティング 材、封止材、強料、接着剤等の産業分野、特に光 学材料の分野に極めて有用である。

本発明のプラスチックレンズの作成は、例えば 硬化性組成物をガラスモールド及びガスケットより組み立てられたレンズ用貨型の中に注入し、加 然、紫外線の照射又はその他の活性エネルギー線 を照射し、硬化後脱型することによって簡単に行 ジメチルケタール、ペンジルジエチルケタール、 ジアセチル等のカルボニル化合物、メチルアント ラキノン、クロロアントラキノン、クロロチオキ サントン、2 ーメチルチオキサントン、2 ーイソ プロピルチオキサントン等のアントラキノンまた はチオキサントン誘導体、ジフェニルジスルフィ ド、ジチオカーパメート等の顧賞化合物が挙げら れる。

ラジカル取合開始初の使用量は、ラジカル取合開始初の使用量は、ラジカル取合開始初の使用量は、ラジカル取はにはより変化するので一概には決められないが、通常はモノマー成分に対して0.001~10モル%の範囲、好ましくは0.01~10モル%の範囲である。ラジカル重合開始初の使用限がある。ラジカル重合開始初の使用限がある。カジカル重合には、重合に長時間を受し、また20モル%を越える使用量では、経済してないはなりか場合によっては重合中に免済したり、重合によって得られる硬化物の分子質が著しくなるために好ましくない。

本発明の硬化性組成物は、そのまま重合、硬化

なうことができる。

本発明のプラスチックレンズは、眼鏡、サング ラス、光学顕微鏡、望遠鏡、カメラ等に好適に用 いられる。

{実施例}

以下、実施例及び比較例を挙げて本発明を更に 詳細に説明する。

なお、実施例及び比較例において得られた硬化 物の諸物性は、下記の方法により測定した。

(1) 屈折事

アッベ屈折計 (島津製作所製3 L型)を用いて、20℃における屈折率を測定した。

(2) ガラス転移温度(Tg)

動的粘弾性測定装置(オリエンテック社製レオバイプロンDDVードーEP割)を用いて、 tan δのピーク(変曲点)を読み取ることに よって、試料(厚さO. 1 mm)のガラス転移温 度とした。

(3) 耐衝盤性

中心悸が1.2mmの-2Dレンズを用いて、

F D A 規格に従い、 I 6. 3 g の鋼球を 1 2 7 c m の高さより自然落下させ鋼球落球試験を行ない、変化のないものをO. ヒビが入るか割れるものを×とした。

(4) 吸水率

JIS-K-7209の試験片を用い、50℃で5日間減圧乾燥させたサンプルを100℃の水中に2時間没済した際の重量増加の割合を乾燥重栄を基準にして示した。

(5) 成形性

フチ以25mmの厚さの厚ものレンズを成形したとき、反応が激しく製造して成形できないもの及び脱型が落しく困難であったものを×とした。 《ジアリルフタレート系オリゴマーの製造法》 (合成例1)

旅宿装置の付いた I Q 三ッロフラスコにジアリルテレフタレート (DAT) を400g、ジアリルイソフタレート (DIP) 200g、1、3ープタンジオール I 09.8g (0.44倍モル)、ジブチル鍋オキサイド 0.3gを仕込んで

実施例3. 4にはこのオリゴマー (B) を使用 した。

(合成例3)

仕込原料としてジアリルフタレート600g及びプロピレングリコール46.4g(0.25倍モル)及びI・1.1ートリメチロールプロパン32.7グラム(0.1倍モル)を用いた以外は合成例1と同様の方法でジアリルフタレート系オリゴマー565gを得た。GPCで測定したところMn=1990.Mw=3580.またヨウエのは79であった。実施例5.6にはこのオリゴマー(C)を使用した。

(合成例4)

仕込原料としてジアリルイソフタレート300 g、ジアリルテレフクレート300 g及びベンタエリスリトール66.3g(0.2倍モル)を用、いた以外は合成例 1 と同様の方法でジアリルテレフクレート系オリゴマー520 gを得た。GPCで測定したところMn=1950、Mw=3400、またヨウ素価は80であった。実施例7.8

望素気流下で180℃に加熱し、生成してくるアリルアルコールを留去した。アリルアルコールが120g程度留出したところで、反応系内を50mmHgまで減圧にし、アリルアルコールの留出速度をはやめた。理論量のアリルアルコールが留出した後、更に1時間加熱を続けた。この後減圧にし、未反応のDATとDIPを留去した後、GPCで測定し、Mn=1030、Mw=2360、ヨウ素価83のジアリルテレフタレート系オリゴマー570gを得た。

実稿例1. 2にはこのオリゴマー (A) を使用 した。

(合成例2)

仕込原料としてジアリルイソフタレート 6 0 0 g 及びピスフェノール A エチレンオキサイド 2 モル付加体 1 9 2 . 7 g (0 . 2 5 倍 モル) を用いた以外は合成例 1 と同様の方法でジアリルイソフタレート系オリゴマー 5 8 0 g を得た。GPCで測定したところ M n = 1 2 0 0 . M w = 2850. またヨウ姿価は81であった。

にはこのオリゴマー(D)を使用した。

(実施例1)

前記合成例 1 において得られたオリゴマー(A)90gにジエチレングリコールピスアリルカーボネート(CR-39)10gを加え、混合した後にラジカル重合開始剤としてジイソプロピルバーオキシジカーボネート4gを溶解させて、硬化性組成物を得た。この硬化性組成物を50mm ≠×3mm 厚のガラス製モールドに注入し、35℃で5時間加熱した後、10℃/時で80℃まで昇温し、80℃で2時間のアニーリングをせた。脱型後100℃で2時間のアニーリングを行ない、板状の硬化物を得た。得られた硬化物は均一で無色透明な掛脂であった。

硬化物の各物性値を第1表に示した。

(事施例2~8. 计粒侧1~4)

オリゴマー、モノマー、開始剤の成分質を第1 表のように変えた以外は実施例1とすべて同様に 行ない、硬化物を得た。

硬化物の各物性値を第1次に示した。

第 】 表

		配合(维显%)									}開始開		i I			
	オリゴ	7,-	モノマー							植類	丑 (phr)	.屈折率	Tg (°C)	耐衝撃性	吸水率 (%)	成形性
	相動	Til.	CR	AB	ВZ	ΧI	K4	DIP	82F	132.731	III (pill)					
実施例	(A)	90	10				1			1PP	4	1.558	150	0	0.56	0
2	1 '	60	15	5	20					"	4	1.555	124	0	0.68	0
3		90	10							N	4	1.562	164	0	0.52	0
4	(B)	60	15	5	20					W	4	1.557	141	. 0	0. 64	O
5	 	70	15	15						ı,	4	1.549	137	0	0.65	0
6	(C)	50	15	15	20					u u	4	1.550	119	0	0.71	. 0
7		70	15	15						"	4	1.545	130	0	0.66	0
8	(0)	50	15	15	20					"	4	1.548	118	0	0.72	0
比較例				5	20			60		"	4	1.557	132	×	0.67	×
2	 									"	4	1.498	90	×	1.05	0
3	 					46.5	53.5			BL	0.05	1.615	59	0	0.91	×
4	 							50	50	IPP	4	1.569	159	×	0.65	0

オリゴマーA、B、C、D……各合成例1、2.

レングリコールピスアリルカーボ

A B -- アリルベンソエート

B ス … ベンジル メタクリレート

Χ [… メクキシリレンジイソシアネート

K 4 …ペンクエリスリトールテトラチオグリコ

DIP… ジアリルイソフタレート

B 1. …ジプチルチンジラウレート

[発明の効果]

本発明の硬化性組成物は、比較的高原折率であ りながら成形が横めて容易であるという点を最大 の特色とし、しかもその硬化物は低吸水率かつガ ラス転移温度が高く、耐衝撃性にも優れた傾めて

パランスのよい性能を有する合成樹脂である.

特許出額人

-154-